

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

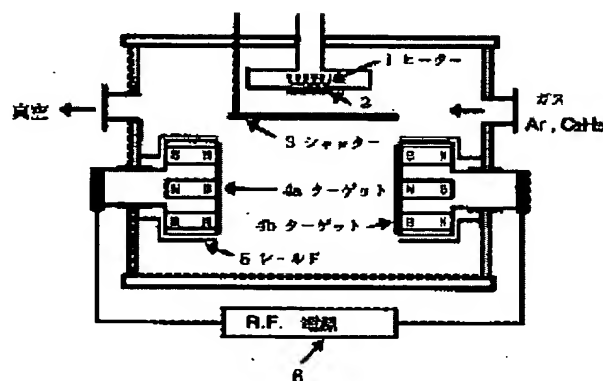
MAGNETIC RECORDING MEDIUM AND METHOD FOR MANUFACTURING THE SAME

Patent number: JP2001093130
Publication date: 2001-04-06
Inventor: HIRATSUKA NOBUYUKI
Applicant: NARUSE ATSUSHI
Classification:
- international: G11B5/64; G11B5/851
- european:
Application number: JP19990269964 19990924
Priority number(s):

Abstract of JP2001093130

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a magnetic recording medium which is enhanced in coercive force and is reduced in medium noise.

SOLUTION: This magnetic recording medium is constituted by having a polymerized high polymer which is a base phase and CoPT magnetic particles dispersed in the polymerized high polymer. This method consists in forming the magnetic recording medium by introducing a polymer forming gas in such a manner that its partial pressure attains ≤ 0.3 mTorr and dispersing the CoPT magnetic particles into the polymerized high polymer by a sputtering method.



Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号
特開2001-93130
(P2001-93130A)

(43) 公開日 平成13年4月6日 (2001.4.6)

| (51) Int.Cl. ⁷ | 識別記号 | F I | テ-マ-ト* (参考) |
|---------------------------|-------|---------|-------------|
| G 1 1 B | 5/64 | G 1 1 B | 5 D 0 0 6 |
| | 5/851 | | 5 D 1 1 2 |

審査請求 未請求 請求項の数15 O L (全 8 頁)

(21) 出願番号 特願平11-269964

(22) 出願日 平成11年9月24日 (1999.9.24)

特許法第30条第1項適用申請有り 平成11年3月24日
社団法人電気化学会発行の「電気化学会第66回大会講演
要旨集」に発表

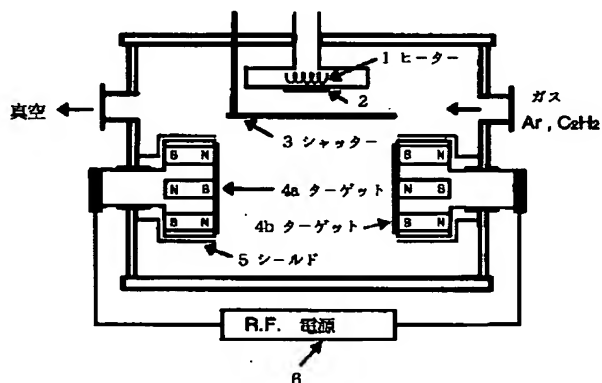
(71) 出願人 399057827
成瀬 淳
神奈川県小田原市城山3-8-13-110
(72) 発明者 平塚 信之
埼玉県与野市大戸5丁目9番2号
(74) 代理人 100088096
弁理士 福森 久夫
Fターム(参考) 5D006 BB01 BB06 BB07 DA03 EA03
FA09
5D112 AA05 AA24 BB05 BB10 FB08
GB03

(54) 【発明の名称】 磁気記録媒体及びその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 保磁力を高め、媒体ノイズを低減化した磁気記録媒体を得る。

【解決手段】 母相となる重合高分子と、該重合高分子中に分散されたC o P t磁性粒子とを有して構成されたことを特徴とする。重合体生成ガスをその分圧が0.3 m T o r r以下となるように導入し、スパッタリング法により重合高分子中C o P t磁性粒子を分散させてなる磁気記録媒体を形成することを特徴とする。



【特許請求の範囲】

【請求項 1】 母相となる重合高分子と、該重合高分子中に分散された磁性粒子とを有して構成されたことを特徴とする磁気記録媒体。

【請求項 2】 前記磁性粒子は C o 基磁性粒子であることを特徴とする請求項 1 記載の磁気記録媒体。

【請求項 3】 前記 C o 基磁性粒子は C o P t 粒子であることを特徴とする請求項 2 記載の磁気記録媒体。

【請求項 4】 前記重合高分子はアセチレンガスを原料として形成された重合高分子であることを特徴とする請求項 1 ないし 3 のいずれか 1 項に記載の磁気記録媒体。

【請求項 5】 磁気記録媒体は、薄膜状に構成されたことを特徴とする請求項 1 ないし 4 のいずれか 1 項に記載の磁気記録媒体。

【請求項 6】 前記磁気記録媒体は、グラニューラ薄膜であること特徴とする請求項 1 ないし 5 のいずれか 1 項記載の磁気記録媒体。

【請求項 7】 ターゲット及び基体が配置されたチャンパー内に重合体生成ガスを所定の分圧となるように導入し、放電を行うことにより重合高分子中に磁性粒子を分散させてなる磁気記録媒体を形成することを特徴とする磁気記録媒体の製造方法。

【請求項 8】 重合体生成ガスをその分圧が 0.4 m T o r r 以下となるように導入することを特徴とする請求項 7 記載の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項 9】 重合体生成ガスをその分圧が 0.1 ~ 0.3 m T o r r となるように導入することを特徴とする請求項 8 に記載の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項 10】 全ガス圧を 5 ~ 15 m T o r r とすることを特徴とする請求項 7 ないし 9 のいずれか 1 項に記載の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項 11】 基板温度を 200℃以上とすることを特徴とする請求項 7 ないし 10 のいずれか 1 項記載の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項 12】 基板温度を 250 ~ 350℃とすることを特徴とする請求項 11 記載の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項 13】 前記重合体生成ガスはアセチレンガスであることを特徴とする請求項 7 ないし 12 のいずれか 1 項記載の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項 14】 前記磁性粒子は C o 基磁性粒子であることを特徴とする請求項 7 ないし 13 のいずれか 1 項に記載の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項 15】 前記 C o 基磁性粒子は C o P t 粒子であることを特徴とする請求項 14 記載の磁気記録媒体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【発明の属する技術分野】 本発明は、磁気記録媒体及びその製造方法に係り、特に、プラズマ重合アセチレン含有 C o P t グラニューラ薄膜の構造および磁気特性に特

徴を有する磁気記録媒体及びその製造方法に関する。

【従来の技術】 従来、磁気記録媒体は、例えば、情報の蓄積および管理に適用される。情報ネットワーク時代を迎え情報通信の高次化および多様化が進み、情報の相互交信、蓄積および管理が重視される。これに伴い磁気ディスク装置の小型化および大容量化が大幅に進み、磁気記録技術のさらなる発展が期待されている。

【発明が解決しようとする課題】 しかしながら、従来技術において磁気記録媒体の高密度化を進めると、媒体ノイズが重要な課題となる。この媒体ノイズを低減するためには、保磁力を高め、磁性粒子間に働く交換相互作用を抑制しなければならない問題を伴う。本発明は、保磁力を高め、媒体ノイズを低減した磁気記録媒体及びその製造方法を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】 本発明の磁気記録媒体は、母相となる重合高分子と、該重合高分子中に分散された磁性粒子とを有して構成されたことを特徴とする磁気記録媒体。本発明の磁気記録媒体の製造方法は、ターゲット及び基体が配置されたチャンパー内に重合体生成ガスを所定の分圧となるように導入し、放電を行うことにより重合高分子中に磁性粒子を分散させてなる磁気記録媒体を形成することを特徴とする。本発明において、重合体生成原料としては、二重結合、三重結合を有するものであればよい。例えばアルキン $C_n H_{2n-2}$ 、アルケン $C_n H_{2n}$ で表される炭化水素が用いられる。より具体的にはアセチレン、アリレン、エチレン、プロピレン等が用いられるがアセチレンが最も好ましい。磁性粒子としては、C o 基磁性粒子が好ましく、その中でも C o P t が好ましい。他の磁性粒子としては C o N i P t, C o C r, C o C r T a 等が挙げられる。本発明の製造方法においては、重合体生成ガスと不活性ガスとの混合ガスをチャンパーに導入する。不活性ガスとしては、例えば、A r, H e, X e, N₂などが用いられる。導入するガスの所定の全ガス圧は、用いる装置、電圧、周波数などにより異なるが放電が生ずるに十分なガス圧以上とする。例えば、5 ~ 15 m T o r r が好ましく、9 ~ 11 m T o r r がより好ましい。この範囲内とすることにより密度の高いプラズマを発生させることができ、より良好な特性を有する磁気記録媒体の製造が可能となる。なお、好ましいガス圧は装置ごとに実験などにより予め求めておけばよい。一方、重合体生成ガスの分圧としては、全ガス圧の 0.1 以下とすることが好ましい。さらに、分圧を 0.4 m T o r r 以下とすることが好ましく、0.1 ~ 0.3 T o r r とすることがより好ましい。基板温度としては、200℃以上が好ましく、250 ~ 350℃がより好ましい。

【実施例】 次に、添付図面を参照して本発明による磁気記録媒体の実施例を詳細に説明する。図 1 ~ 図 11 を参照すると、本発明の磁気記録媒体の一実施例が示されている。本発明の目的遂行において、磁性粒子を非磁性マ

トリクス中に分散させたグラニュー媒体は、強磁性粒子が孤立化することにより、磁性粒子間に働く交換相互作用が低減するために、低ノイズ媒体として有効であると考えられる。本発明の実施形態では、強磁性粒子としてC o P t合金を選択し、また自己潤滑性の高い重合物を非磁性マトリクスとして選択した。そして、プラズマ重合アセチレン含有C o P tグラニュー薄膜を作製し、その構造および磁気特性を調べることとした。図1は、対向ターゲット式r. f. マグネトロンスパッタリング装置の構成例を示している。図1に示すスパッタリング装置は、ヒーター1、シャッター3、シールド5、高周波(RF)電源6を有して構成される。なお、2は基板、4はターゲットである。ヒーター1は、基板2を加熱するための熱源である。基板2は、薄膜を堆積するための板状物質である。シャッター3は、蒸発した原子・分子が基板に堆積するのを防止する金属板である。ターゲット4 a, 4 bは、堆積したい物質を円盤あるいはチップにして電極面に装着したものである。シールド5は、電極とチャンバー間を絶縁するものである。RF電源6は、高周波電源である。上記に構成される対向ターゲット式RFマグネトロンスパッタリング装置は、C o円盤上にP tチップを装着した1対のターゲット4 a, 4 bを対向させ、このターゲット間に13. 56 MHzの高周波電界を印加して、プラズマ状のA rおよびC₂H₂ガスがC oとP tをスパッタすることにより、石英基板2上にC o P t合金を堆積することができる。それと同時にプラズマ化したアセチレン(C₂H₂)は、重合して重合高分子として石英基板上に堆積される。なお、重合高分子はアセチレン重合高分子を主成分としてい

と考えられる。こうして非磁性重合高分子の母相の中に、C o P t磁性粒子が分散して存在するグラニュー膜が作製される。図2に成膜条件を表化して示す。この薄膜の作製には、上記の対向ターゲット式r. f. マグネトロンスパッタリング装置を使用した。C o円盤上にP tチップを装着してターゲットとして対向させた。C oとP tの組成比は、P tチップの数を変えて調整した。チャンバー内を1. 0×10⁻⁶ Torr以下に排気後、アセチレンガス分圧(P C₂H₂)を0~0. 5 mT o r rにし、これにA rガスを加えて全体の圧力(P A r+C₂H₂)が10 mT o r r一定となるようにした。基板には溶融石英板を用い、基板温度を室温から400℃まで変えた。スパッタ電力を1. 3 W/cm²印加し、膜厚が600~800 Åになるように成膜した。

(IRスペクトル) 次に実験結果を説明する。まず、非磁性マトリクスである有機物が重合物であることを確認するために、マトリクスのIRスペクトルを図3に示す。この薄膜はC₂H₂分圧を0. 5 mT o r rとし、基板温度は室温で作製した。この結果から、プラズマ重合アセチレンの特徴であるカルボニル基および不飽和二重結合の吸収が、1700 cm⁻¹付近に見られる。これ

は、マトリクスが高度の架橋構造を持つ重合膜であると考えられる。

(薄膜の構造および特性) 次にグラニュー薄膜の成膜条件を検討するために、異なるC₂H₂分圧で作製した薄膜の構造および特性を調べた。図4は、C o P t中のP t含有率および抵抗率のC₂H₂分圧依存性を示す。P t含有率は、C₂H₂分圧の増加に伴い増大する。これはプラズマ状態のA rとC₂H₂およびC oとP tの原子の挙動が、C₂H₂分圧の増加により変化すると考えられる。そしてC₂H₂分圧が0. 2 mT o r rを超えると、抵抗率は著しく増大する。これは、重合物の増加によりC o P t粒子が分散し孤立化するためである。なお、図4中の矢印は、左右に記した対応するディメンションの方向を示している。図6および図8も同様である。

(薄膜のX線回折特性1) 次に、重合物の増加がC o P t粒子の結晶配向性にもたらす変化を検討した。図5は、各C₂H₂分圧で作製した薄膜のX線回折図を示す。C o P t合金薄膜の2θが41度、44度および47度付近に見られる三つのピークは、それぞれh c p-C oの(100)面、(002)面および(101)面による回折である。重合物の増加に伴いh c p-C oの面内配向性は著しく低下する。また、C₂H₂分圧が0. 3 mT o r r以上で成膜すると、C o P t粒子は微結晶化する。これは重合物の増加により、C oおよびP tの合金化が妨げられるためである。

(磁気特性) 次に、これらの結果と磁気特性の関係を検討した。図6は、保磁力および磁化値のC₂H₂分圧依存性を示す。保磁力は、重合物の増加に伴って減少する。これはC oおよびP tの合金化が妨げられると同時に、P t含有率が増加するためである。磁化値は、重合物の増加に伴い徐々に増大する。これは、合金化が妨げられた結果、C o単体の粒子が形成されと考えられる。そして、C₂H₂分圧が0. 3 mT o r rを超えると磁化値は減少する。これは、重合物の増加により膜中のC o粒子の量が減少すると考えられる。以上の結果から、C₂H₂分圧をできる限り少なくした上で、C oおよびP tが金属間化合物を形成できるように、成膜条件を検討する必要がある。

(薄膜のX線回折特性2) そこでC₂H₂分圧を0. 1 mT o r r一定として異なる基板温度で成膜し、その構造および特性を検討した。図7は、各基板温度で作製した薄膜のX線回折図を示す。基板温度300度以上でh c p-C oの面内配向性が著しく高くなる。これは、基板温度を高めることにより、C oおよびP tの合金化が進むためである。そして基板温度400度では、h c p-C oの回折ピークがさらに強まる。これは、C o P t粒子の合金化により、h c p-C oの結晶化が促進したためである。

(磁気特性) 次に磁気特性との関係を検討した。図8は、保磁力および磁化値の基板温度依存性を示す。保磁

力は、基板温度を高めることにより増大する。そして、基板温度300度で最大値1.8kOeとなり、その後減少する。磁化値に大きな変化は見られなかった。保磁力の増加は、CoおよびPtの合金化により面内配向性が高まるためである。そして基板温度400度における保磁力の減少は、結晶性の向上により結晶粒径が大きくなると考えられる。

(薄膜の表面構造) 優れた磁気特性を示す基板温度300度のグラニューラ薄膜において、磁性粒子が微細化および均一化されることを確認するために膜の表面構造を調べた。図9および図10は、CoPt合金薄膜およびCoPt-(C₂H₂)_nグラニューラ薄膜の表面構造例をそれぞれ示す。図9がTs=300℃、P_{C₂H₂}=0mTorrでのCo₉₁Pt₉薄膜film、図10がTs=300℃、P_{C₂H₂}=0.1mTorrでのCo₉₀Pt₁₀-(C₂H₂)_nグラニューラ薄膜、をそれぞれ示している。CoPt合金薄膜において磁性粒子の粒径は、30nmから40nmと大きく且つ不均一である。これに対して、グラニューラ薄膜では、直径約20nmの磁性粒子が重合物中に均一に分散している。これは、基板上に堆積した重合物が熱エネルギーにより移動し易くなることにより、逆にCoPt合金粒子の成長が抑制されたと考えられる。

(動作確認) 次に、このグラニューラ薄膜において、磁性粒子が磁気的に分断されることを確認するために、粒子間の相互作用を調べた。図11は、CoPt合金薄膜およびグラニューラ薄膜のHenkel plotsを示す。記録媒体において粒子間の相互作用がない場合には、Stoner-Wohlfarthの関係を満たす。そしてこの理論値から外れる場合は、媒体における相互作用が存在する。もし、実験値が理論値よりも上側にある場合は磁化による作用であり、下側にある場合は反磁界によるものである。この結果から、実線で示されるグラニューラ薄膜は、点線で示されるCoPt合金薄膜より理論値に近づいている。これは、重合物によりCoPt粒子が磁気的に分断され、粒子間の相互作用が低減するためである。なお、スパッタリング装置としては図1に示す装置に限らず、平行平板タイプの装置でもよいし、また、ターゲットとしてはCoPt合金ターゲッ

トを用いても良い。

【発明の効果】以上の説明より明かなように、本発明の磁気記録媒体は、母相となる重合高分子中に磁性粒子が分散されて構成されている。よって、磁性粒子を非磁性マトリクス中に分散させたグラニューラ媒体が低ノイズ媒体として有効に働き、保磁力を高め、媒体ノイズを低減化する。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の磁気記録媒体の実施形態に適用される、対向ターゲット式r.f.マグネトロンスパッタリング装置の構成例を示している。

【図2】成膜条件を表化して示した図表である。

【図3】非磁性マトリクスである有機物が重合物であることを確認するための、IRスペクトルを示した図である。

【図4】CoPt中のPt含有率および抵抗率のC₂H₂分圧依存性を示した図である。

【図5】各C₂H₂分圧で作製した薄膜のX線回折特性を示した図である。

【図6】保磁力および磁化値のC₂H₂分圧依存性を示した図である。

【図7】各基板温度で作製した薄膜のX線回折特性を示した図である。

【図8】保磁力および磁化値の基板温度依存性を示した図である。

【図9】Co₉₁Pt₉の合金薄膜の表面構造例1を示した図である。

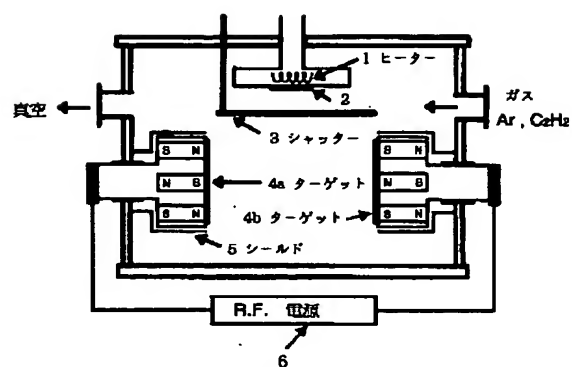
【図10】(Co₉₀Pt₁₀-(C₂H₂)_n)グラニューラ薄膜の表面構造例2を示した図である。

【図11】CoPt合金薄膜およびグラニューラ薄膜のHenkel plotsを示す図である。

【符号の説明】

- 1 ヒーター
- 2 基板
- 3 シャッター
- 4 a, 4 b ターゲット
- 5 シールド
- 6 高周波電源

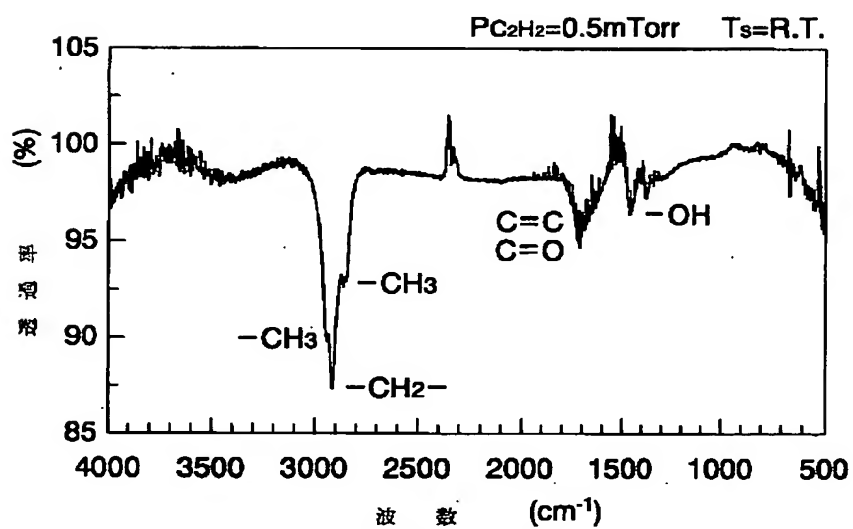
【図1】



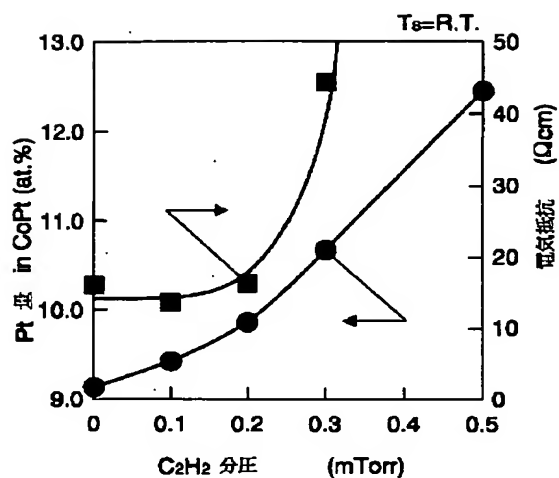
【図2】

| 実験条件 | |
|-----------|---|
| ターゲット | Co, Pt |
| 背圧 | 1.0×10^{-6} Torr |
| ガス圧 | $P_{C_2H_2} = 0 \sim 0.5$ mTorr $P_{Ar+C_2H_2} = 10$ mTorr |
| スパッタリング電力 | 1.3 W/cm^2 |
| 基板 | 熔融石英 |
| 基板温度 | R.T. $\sim 400^\circ\text{C}$ |
| 膜厚 | 600–800 Å |

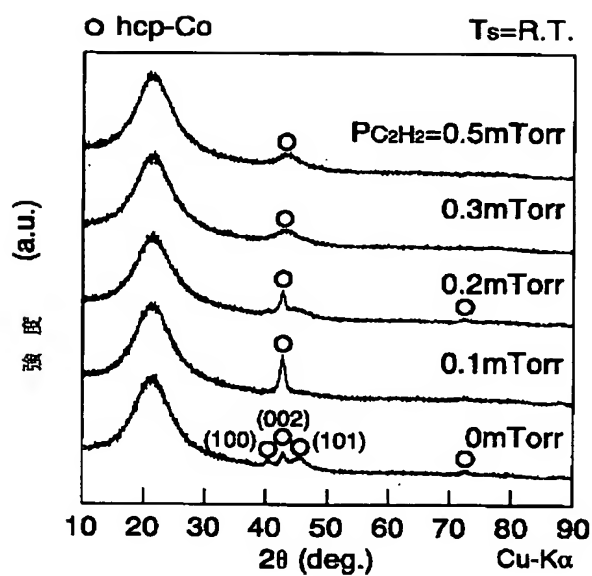
【図3】



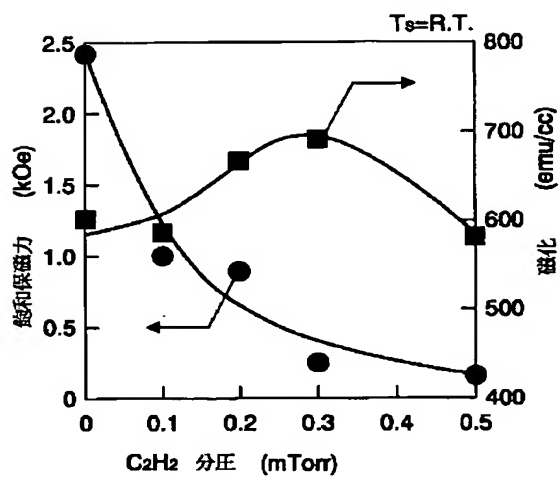
【図4】



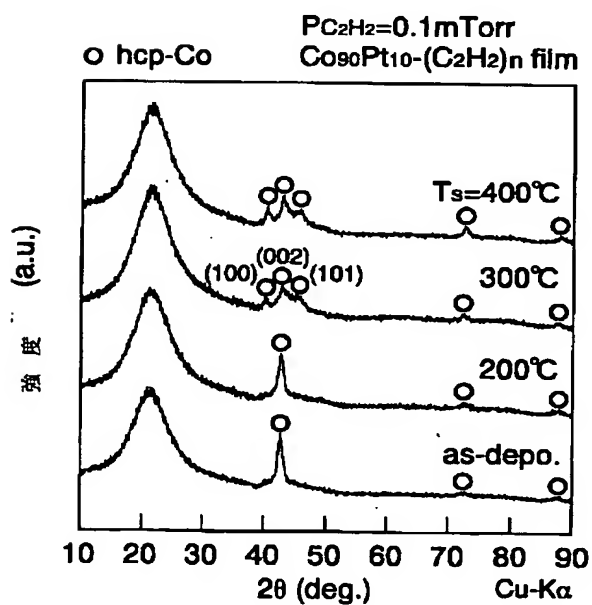
【図5】



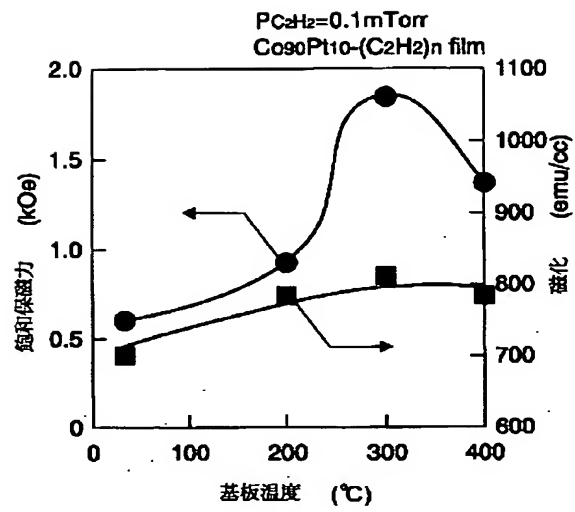
【図6】



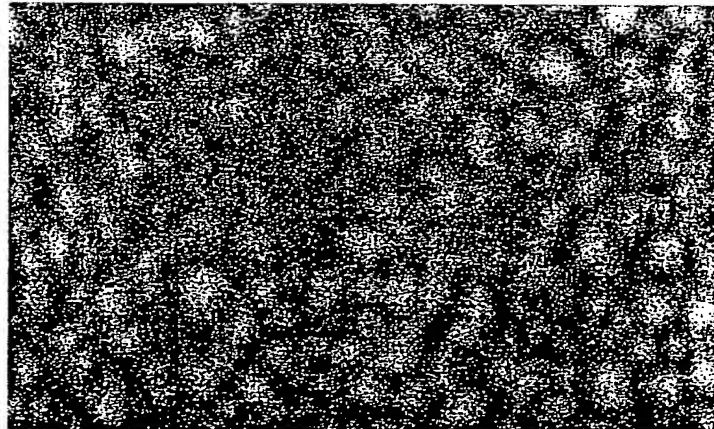
【図7】



【図8】



【図9】

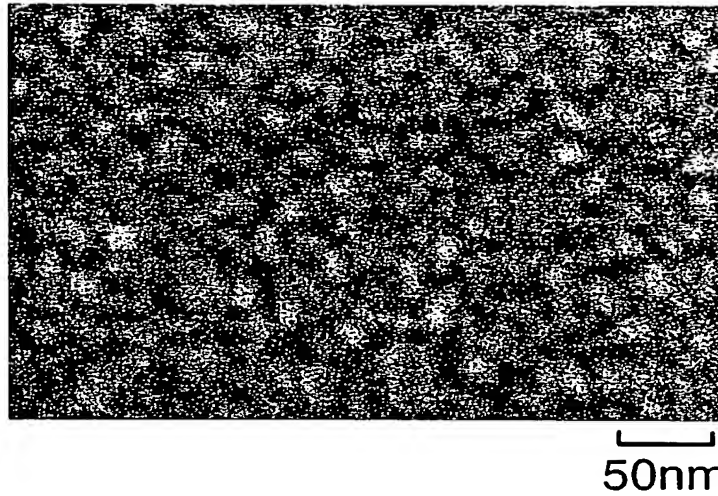
Co₉₁Pt₉ 薄膜T_s=300°CPC₂H₂=0mTorr

50nm

【図10】

$\text{Co}_{90}\text{Pt}_{10}-(\text{C}_2\text{H}_2)_n$ グラニューラー薄膜

$T_s=300^\circ\text{C}$ $P_{\text{C}_2\text{H}_2}=0.1\text{mTorr}$



【図11】

